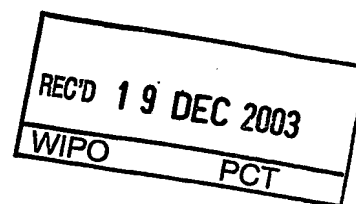


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)



**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 102 53 152.8

Anmeldetag: 14. November 2002

Anmelder/Inhaber: Rudolf GmbH & Co KG Chemische Fabrik,
Geretsried/DE

Bezeichnung: Teilquaternierte, aminofunktionelle Organopolysiloxane
und deren Verwendung in wässrigen Systemen

IPC: C 08 G, C 08 L, C 09 D

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der
ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 19. November 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

BEST AVAILABLE COPY

Stark

Teilquaternierte, aminofunktionelle Organopolysiloxane und deren Verwendung in wässrigen Systemen.

Die Erfindung betrifft teilquaternierte, aminofunktionelle Organopolysiloxane und deren Verwendung in wässrigen Systemen auf textilen Substraten.

Aminogruppen enthaltende Organopolysiloxane werden schon seit längerer Zeit als Textilausrüstungsmittel eingesetzt. Bei den damit behandelten Textilien werden gute Weichgriffeffekte erreicht. Bevorzugt verwendet werden Organopolysiloxane mit der aminofunktionellen Gruppe



Derartige aminogruppenhaltige Organopolysiloxane liegen für die Verwendung in der Textilausrüstung üblicherweise in Form von wässrigen Mikroemulsionen vor, deren Herstellung beispielsweise in der EP-A 0 358 652 beschrieben wird. Dabei werden durch Erhitzen einer Mischung von mit Säure neutralisiertem, aminogruppenhaltigem Organopolysiloxan, Wasser und Emulgator klare Mikroemulsionen hergestellt. Gemäß dem in EP-A 0138 192 beschriebenen Verfahren erreicht man dieses Ziel durch Scheremulgierung in konzentrierter, wenig Wasser enthaltender Form, indem man von den Grundstoffen aminogruppenhaltiges Organopolysiloxan in neutralisierter Form, Emulgator und Wasser ausgeht.

Vorteilhafte Weichgriffeffekte werden mit Organopolysiloxanen erzielt, deren Aminofunktionen in Form der erwähnten Aminoethylaminopropylgruppen vorliegen. Dabei wird aufgrund der morphologischen Molekülstruktur dieser Seitenkette eine besondere Affinität zu den Fasermolekülen des textilen Substrates durch deren partielle Umschlingung postuliert. Hieraus resultiert eine spezifische Orientierung des Polymermoleküls, welche den guten Weichgriff verursacht. Dies wird indirekt durch die Tatsache erhärtet, dass bei Acylierung (Acetylierung) der äußeren, primären Aminofunktionen der weiche Griffcharakter der damit behandelten textilen Substrate erheblich leidet, weil die andersgeartete Molekülstruktur eine ausreichende Umschlingung der Fasermoleküle und die damit verbundene spezifische Orientierung nicht mehr zulässt.

Die beschriebenen aminogruppenhaltigen und die acylierte Aminogruppen enthaltenden Organopolysiloxane liegen in Form ihrer Mikroemulsionen üblicherweise als gut dissoziierbare Ammoniumsalze organischer oder anorganischer Säuren vor. Bei pH-Werten oberhalb 7 werden die Salze in die freien Basen umgewandelt. Dabei wird die Stabilität der Mikroemulsionen

aufgrund der schwächeren Dissoziation im alkalischen Bereich reduziert, was bei ungenügend abgesäuertem Textilgut und dadurch verursachten pH-Werten oberhalb 7 zur Koaleszenz der Mikroemulsionspartikel und deren Aufschwimmen als Öltröpfchen auf der Oberfläche der Behandlungsflotte führt. Im weiteren Veredelungsablauf können die Öltröpfchen auf das Textilgut transferiert oder auch auf den Walzen der Behandlungsaggregate niedergeschlagen werden. Dabei entstehen auf den Textilien Silikonflecken, welche sich nicht oder nur sehr schwer wieder auswaschen lassen.

Dieses Verhalten ist in der Textilausrüstung ein erheblicher Nachteil, weil sehr viele Behandlungsschritte während der Ausrüstung von textilen Substraten in stark alkalischem Milieu durchgeführt werden. Durch ungenügend sorgfältig durchgeführte Waschprozesse können Restmengen von Alkalien auf dem Substrat verbleiben und während der nachfolgenden Veredelungsschritte in die Behandlungsbäder eingeschleppt werden. Insbesondere auf Anlagen mit wenig Behandlungsflotte wie z.B. dem Foulard, kann dabei der pH-Wert in kürzester Zeit auf oberhalb 9 ansteigen und zu den erwähnten Emulsionsspaltungen führen.

Ein weiterer Nachteil der genannten aminofunktionellen Polysiloxane liegt in einer Vergilbungstendenz, welche bei den damit behandelten, weißen und hellfarbigen textilen Substraten bei Trocknungstemperaturen über 120°C auftreten kann.

Die Verwendung der genannten aminofunktionellen Polysiloxane erfolgt gemäß des Standes der Technik auf allen textilen Substraten. So werden Gewebe und Gewirke aus nativen Fasern, wie beispielsweise Baumwolle oder Wolle, als auch aus synthetischen Fasern, wie beispielsweise Viskose, Polyester, Polyamid oder Polyacrylnitril erfolgreich in großem Umfang mit derartigen Produkten behandelt.

In einigen Fällen spielt bei den erzielbaren Ausrüstungseffekten die Tatsache eine eher untergeordnete Rolle, dass aminofunktionelle Polysiloxane den Textilien zwar einen guten Weichgriff, gleichzeitig aber auch einen mehr oder weniger stark ausgeprägten, hydrophoben Charakter verleihen. Es gibt jedoch textile Anwendungen, wo Hydrophobie unerwünscht ist. So wird beispielsweise von Bade- und Handtüchern neben einem guten, flauschigen Weichgriff eine hervorragende Saugfähigkeit erwartet, um einen optimalen Abtrocknungseffekt zu erreichen. Bei Unterwäsche ist häufig ebenfalls gute Saugfähigkeit erwünscht. Auch bei vielen Bekleidungsartikeln im Sport- und Outdoorbereich, wie beispielsweise bei Fahrrad- oder Fußballertrikots, ist neben gutem Weichgriff die Saugfähigkeit des textilen Grundmaterials Voraussetzung. Die Anwendung von aminofunktionellen Polysiloxanen ist daher in den genannten Fällen limitiert oder völlig ausgeschlossen.

Es ist ferner auch bekannt, dass Mikroemulsionen von quaternäre Ammoniumgruppen tragenden Organopolysiloxanen die beschriebenen Nachteile hinsichtlich der thermischen Vergilbung und hinsichtlich der Stabilitäten in alkalischen wässrigen Verdünnungen nicht aufweisen. Wie nachfolgend beschrieben, kann je nach angewendetem Herstellungsverfahren und der Zusammensetzung teilweise auch gute Hydrophilie und damit verbunden eine gute Saugfähigkeit erreicht werden. Quaternäre Ammoniumgruppen tragende Organopolysiloxane stellen damit bezüglich dieser genannten Eigenschaften eine Verbesserung gegenüber den aminogruppenhaltigen Organopolysiloxanen dar. Den genannten Vorteilen der quaternäre Ammoniumgruppen tragenden Polysiloxane steht jedoch der Nachteil gegenüber, dass sie, verglichen mit den ausschließlich mit ^{lateralen} Aminogruppen modifizierten Polysiloxanen, einen schwächeren Weichgriff auf den damit ausgerüsteten Textilien erzeugen.

Aus der Literatur sind quaternäre Ammoniumgruppen tragende Organopolysiloxane bekannt. Für die Herstellung werden dabei unterschiedliche Wege beschrieben, wobei abhängig von den jeweils verwendeten Edukten und den Herstellungsverfahren Polysiloxane erhalten werden, deren quaternäre Ammoniumgruppen an unterschiedlichen Positionen auf dem Polymerücken der Polysiloxankette gebunden sein können. Hierbei sind seitenständige (laterale), endständige (terminale) und polymerrückeninterne Positionierungen der funktionellen Gruppen sowie Mischformen hiervon möglich.

So wird in der DE-AS 14 93 384 ein Verfahren zur Herstellung von Organosiloxanverbindungen oder -Verbindungsgemischen beschrieben, bei welchem man von den entsprechenden Methylwasserstoffpolysiloxanen ausgeht. Bei diesen handelt es sich im allgemeinen um equilibrierte Siloxangemische, bei denen die Anzahl der Methylwasserstoffsiloxy- und Dimethylsiloxyeinheiten einer statistischen Verteilung entsprechen. Die Organosiloxane mit quaternären Ammoniumgruppen werden dabei auf an sich bekannte Weise durch Umsetzung eines Epoxysiloxanes mit Dimethylamin hergestellt und das erhaltene Dimethylaminoorganosiloxan mit einem Halogenwasserstoff oder mit einem Methylhalogenid in die quaternäre Ammoniumverbindung übergeführt. Bei den solcherart hergestellten Verbindungen werden modifizierte Organopolysiloxane erhalten, bei welchen die quaternären Ammoniumgruppen lateral an der Polysiloxankette positioniert sind. Die genannten Verbindungen werden für die wasserabweisende Behandlung von z.B. Glas- oder Aluminiumoberflächen empfohlen.

Eine weitere Möglichkeit zur Herstellung von Organopolysiloxanen mit lateralen, quaternären Ammoniumgruppen ist in der DE-OS 19652524 beschrieben. Dabei werden beispielsweise aminoethylaminopropylgruppenhaltige Organopolysiloxane in Gegenwart von Wasser und ge-

eigneten Emulgatoren mit Toluol-4-sulfonsäuremethylester als Alkylierungsmittel zu den entsprechenden quaternären Organopolysiloxanen umgesetzt, wobei sich gleichzeitig eine Mikroemulsion ausbildet. Nachteilig ist an diesen Zubereitungen der gegenüber den ausschließlich mit lateralen Aminogruppen modifizierten Polysiloxanen schwächer ausgeprägte Weichgriff der damit ausgerüsteten Textilien.

Herstellung und Anwendung von diquaternären Polysiloxanen werden in der US 4,891,166 beschrieben. Die Synthese erfolgt dabei durch Umsetzung von endständige Epoxygruppen enthaltenden Polysiloxanen mit tertiären Aminen in solchen Mengenverhältnissen, dass jeder Epoxy-gruppe mindestens eine tertiäre Aminogruppe entspricht und die Umsetzung in Gegenwart eines Säureequivalents, bezogen auf die zu quaternierenden Stickstoffatome bei erhöhter Temperatur stattfindet. Die resultierenden diquaternären Polysiloxane besitzen aufgrund dieser besonderen Herstellungsweise ausschließlich terminal positionierte quaternäre Ammoniumgruppen. Die so hergestellten Verbindungen werden für die Anwendung in Haarbehandlungsmitteln und Kosmetika empfohlen. Nachteilig ist bei diesen Zubereitungen, wie die Anmelderin festgestellt hat, der gegenüber den ausschließlich mit lateralen Aminogruppen modifizierten Polysiloxanen schwächer ausgeprägte Weichgriff, wenn man damit Textilien behandelt.

Eine weitere Möglichkeit zur Herstellung quaternär modifizierter Organopolysiloxane ist in der DE-OS 37 05 121 beschrieben. Die quaternären Ammoniumgruppen sind dabei aufgrund des Herstellungsverfahrens ausschließlich polymerrückenintern positioniert. Die Herstellung erfolgt beispielsweise durch platinkatalysierte Addition von Allylglycidether an α,ω -Wasserstoffdimethyl-polysiloxan und anschließende Umsetzung des so erhaltenen α,ω -Diepoxypolysiloxanes mit einem ditertiärem Alkyldiamin unter sauren Bedingungen. Als Anwendung ist Haarpflege vorgesehen. Nachteilig ist bei diesen Zubereitungen wiederum, wie die Anmelderin festgestellt hat, der gegenüber den ausschließlich mit lateralen Aminogruppen modifizierten Polysiloxanen schwächer ausgeprägte Weichgriff, wenn man damit Textilien behandelt.

Es bestand nun die Aufgabe, eine Zubereitung zur Behandlung textiler Substrate aus wässrigen Medien bereitzustellen, bei welcher einerseits die Vorteile der quaternären aminofunktionellen Organopolysiloxane, wie Hydrophilie, Stabilität bei hohen pH-Werten und Vergilbungsresistenz sichergestellt sind, andererseits die guten Weichgriffeffekte der lateral mit aminofunktionellen Gruppen modifizierten Organopolysiloxane erhalten bleiben.

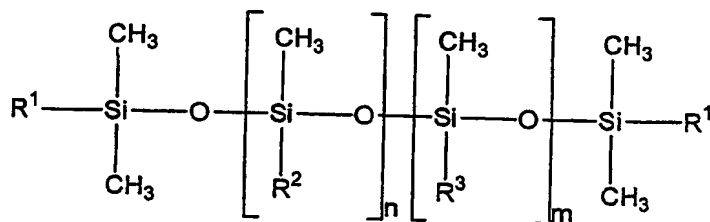
In unerwarteter Weise hat sich gezeigt, dass diese Aufgabe erfindungsgemäß durch die Verwendung von teilquaternierten, aminofunktionellen Organopolysiloxanen gelöst werden kann.

Dabei werden die quaternären Ammoniumgruppen auf dem Polysiloxanrücken terminal in α, ω -Stellung und die aminofunktionellen Gruppen lateral positioniert. Man erhält einerseits gute Stabilitäten unter Anwendungsbedingungen in einem breiten pH-Wertbereich (insbesondere zwischen pH 7 und 12), sowie hohe Vergilbungsresistenz. Ferner erhält man mit den erfindungsgemäßen Zubereitungen einen hervorragenden Weichgriff. Überraschenderweise hat sich gezeigt, dass der resultierende Weichgriff sogar deutlich besser ist als der Weichgriff der ausschließlich terminale, quaternäre Ammoniumgruppen tragenden Polysiloxane. Weiterhin zeichnen sich die mit den erfindungsgemäßen Zubereitungen ausgerüsteten Textilien, insbesondere Bade- und Handtücher sowie Unterwäsche und Sportbekleidung durch hohe Saugfähigkeiten aus.

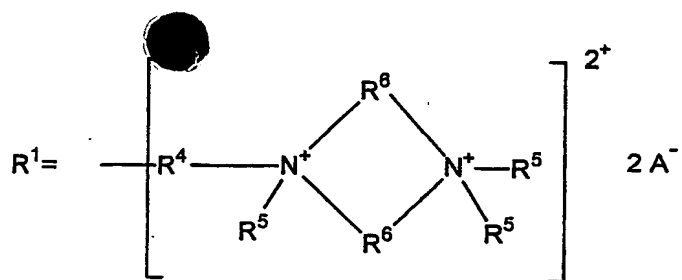
Sofern die erfindungsgemäßen Zubereitungen in Form von Mikroemulsionen Anwendung finden, wird auf cellulosischen Substraten bevorzugt eine innere Weichheit erzielt, weil aufgrund der niedrigen Emulsionspartikelgröße unterhalb 50 nm die teilquaternierten, aminofunktionellen Polysiloxanverbindungen tief in das Garn- und Faserinnere eindringen können. Werden Zubereitungen in Form von Makroemulsionen mit Teilchengrößen oberhalb 50 nm verwendet, wird bevorzugt eine Ablagerung in den äußeren Faser- und Fadenschichten durch Filtrationseffekte erreicht. Dies führt zu einem andersartigen Griffcharakter mit größerer Oberflächen- glatte und mehr Fülle.

Der erste Gegenstand der Erfindung sind Zubereitungen, gekennzeichnet durch einen Gehalt, bezogen auf die Gesamtzusammensetzung, an

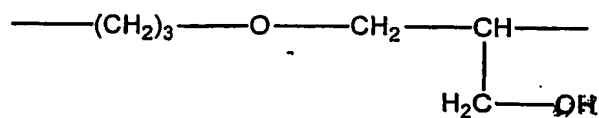
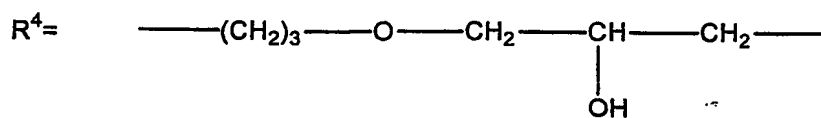
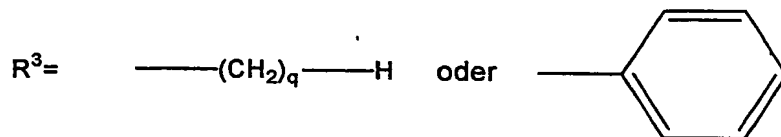
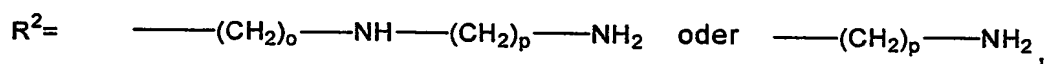
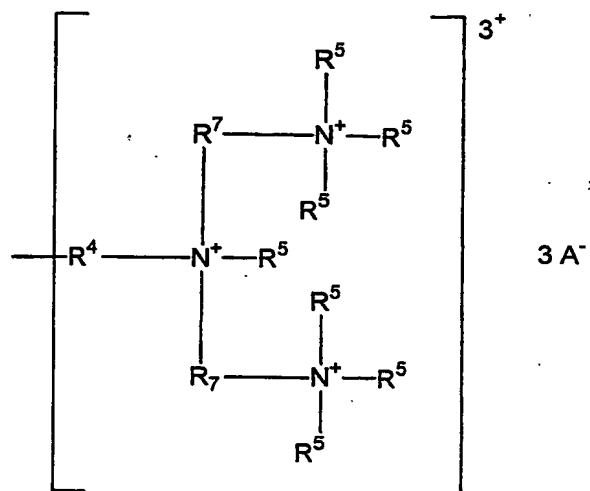
- (1) 2 bis 60 Gewichtsprozent eines teilquaternierten aminofunktionellen Organopolysiloxans der allgemeinen Formel

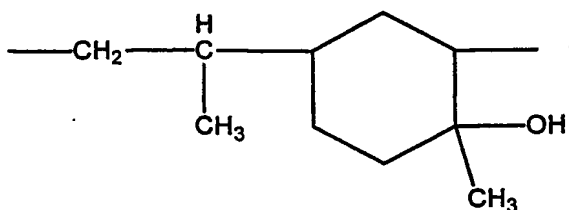
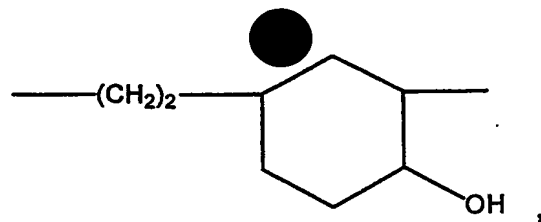
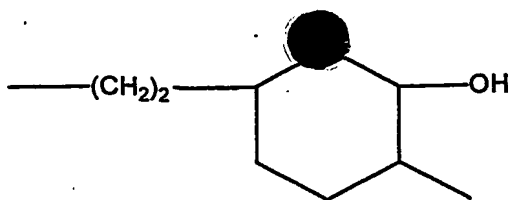


wobei

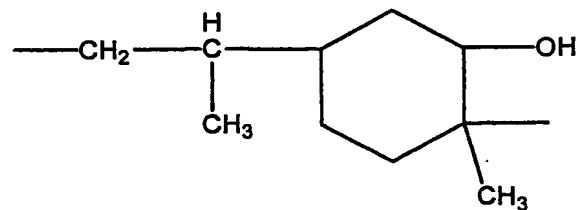


oder





oder



$R^5 = \text{---}(\text{CH}_2)_r\text{---H}$,

$R^6 = \text{---}(\text{CH}_2)_s\text{---}$,

$R^7 = \text{---}(\text{CH}_2)_t\text{---}$,

A⁻ anorganische oder organische Anionen,

n eine ganze Zahl von 1 – 20, vorzugsweise 1 – 14, besonders bevorzugt 1 – 5,

m eine ganze Zahl von 20 – 2000, vorzugsweise 40 – 1000, besonders bevorzugt 40 – 120,

o und p jeweils eine ganze Zahl von 1 – 10, vorzugsweise 2 – 4,

q eine ganze Zahl von 1 – 10, vorzugsweise 1,

r eine ganze Zahl von 1 – 18, vorzugsweise 1,

s eine ganze Zahl von 2 – 3, vorzugsweise 2 und

t eine ganze Zahl von 2 – 5, vorzugsweise 2 – 4

bedeuten, mit der Maßgabe, dass der Gesamtstickstoffgehalt der Komponente (1) 0,05 bis 2,0 Gewichtsprozent, bezogen auf die Gesamtzusammensetzung von Komponente (1) beträgt,

(2) 2 bis 40 Gewichtsprozent eines Emulgators,

(3) 0 bis 15 Gewichtsprozent eines Hydrotropikums und

(4) 20 bis 95 Gewichtsprozent Wasser.

Sämtliche Gewichtsangaben der erfindungsgemäßen Zubereitungen beziehen sich auf die Gesamtzusammensetzung der erfindungsgemäßen Zubereitung. Als bevorzugte Bereiche sind

für die Komponente (1) einen Bereich von 10 - 40 Gewichtsprozent, für die Komponente (2) 10 - 20 Gewichtsprozent zu nennen. Sofern die Komponente (3) zugesetzt wird, liegt deren Konzentration bevorzugt im Bereich von 1 - 10, insbesondere von 3 - 7 Gewichtsprozent. Der bevorzugte Bereich der Komponente (4) liegt bei 70 - 90, insbesondere jedoch zwischen 60 - 90 Gewichtsprozent.

Der Stickstoffgehalt der Komponente (1) liegt bevorzugt bei 0,1 - 1,5 Gewichtsprozent, insbesondere jedoch bei 0,1 - 1,0 Gewichtsprozent bezogen auf die Gesamtzusammensetzung von Komponente (1).

Die Anionen sind von anorganischen oder organischen Säuren abgeleitet. Als Beispiele für anorganische Anionen sind Chlorid, Bromid, Jodid und Sulfat zu nennen; bevorzugt sind Chlorid und Sulfat. Beispiele für organische Anionen sind Tosylat und Acetat; bevorzugt ist Tosylat.

Die Herstellung der teilquaternierten, aminofunktionellen Organopolysiloxane der Komponente (1) erfolgt nach Methoden, welche dem Fachmann bekannt sind. So können durch Equilibrierung von terminal quaternierten aminofunktionellen Organopolysiloxanen mit Silanhydrolisaten, welche laterale Aminogruppen tragen, in Gegenwart bekannter Equilibrierungskatalysatoren die erfindungsgemäßen Zubereitungen synthetisiert werden.

Als Emulgatoren (Komponente (2)) können solche auf anionischer, kationischer, nichtionogener oder amphoterer Basis oder Mischungen dieser Verbindungen eingesetzt werden. Vorzugsweise werden Ethoxilierungsprodukte aliphatischer Alkohole mit 6 bis 22 Kohlenstoffatome verwendet, die bis zu 50 Mol Ethylenoxid angelagert enthalten. Die Alkohole können bevorzugt 8 bis 16 Kohlenstoffatome enthalten; sie können gesättigt, linear oder vorzugsweise verzweigt sein und können allein oder in Mischung zur Anwendung gelangen.

Von besonderem Vorteil hinsichtlich niedriger Schaumentwicklung in den Anwendungsflotten sind Alkohole der erwähnten Zusammensetzung, wenn deren Alkylenoxidrest aus Ethylenoxid und 1,2-Propylenoxid in statistischer Verteilung und vorzugsweise in blockartiger Verteilung aufgebaut ist.

Nichtionogene Emulgatoren aus der Gruppe der ethoxilierten, verzweigten aliphatische Alkohole haben sich aufgrund ihrer günstigen Gesamteigenschaften ganz besonders bewährt. Deshalb werden z.B. Ethoxilate des 2,6,8-Trimethyl-4-nonanols, des Isodecylalkoholes oder des Isotridecylalkoholes mit jeweils 2 bis 50 Molekülen, insbesondere 3 bis 15 Molekülen angelagertem Ethylenoxid für die Herstellung der erfindungsgemäßen Zubereitungen bevorzugt.

Die optional einzusetzende Komponente (3), ein Hydrotropikum, kann üblicherweise aus der Gruppe der polyfunktionellen Alkohole ausgewählt werden. So können Dialkohole mit 2 - 10, bevorzugt 2 - 6, insbesondere jedoch 2 - 4 Kohlenstoffatomen pro Molekül eingesetzt werden. Gut geeignet sind auch deren Mono- und Diether sowie die Mono- und Diester dieser Dialkohole. Als besonders bevorzugt zu verwendende Beispiele für die Komponente (3) sind Butylglykol, 1,2-Propylenglykol und Dipropylenglykol zu nennen.

Um die anspruchsgemäßen teilquaternierten, aminofunktionellen Organopolysiloxane in eine aus wässrigem Medium anwendbare Form zu bringen, können hiervon Makro- oder Mikroemulsionen durch scherkraftreiches Verrühren der Komponenten (1) bis (4) bei 70°C hergestellt werden.

Weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung der Zubereitungen gemäß Anspruch 1 bei der Veredelung textiler Substrate in wässrigen Bädern und Anwendungsflotten, gegebenenfalls zusammen mit weiteren Präparationsmitteln. Gewebe und Gewirke aus nativen Fasern, wie beispielsweise Baumwolle oder Wolle, aber auch aus synthetischen Fasern, wie beispielsweise Viskose, Polyester, Polyamid oder Polyacrylnitril können mit den erfindungsgemäßen aminofunktionellen Polysiloxanen behandelt werden. Bei den gegebenenfalls zusätzlich mitverwendeten Präparationsmitteln kann es sich beispielsweise um Chemikalien zur Knitterfreiausrüstung, um solche zur Verbesserung der Vernähbarkeit des textilen Substrates oder um andere, üblicherweise in textilen Applikationsflotten zur Anwendung gelangende Produkte handeln.

Die Konzentration der erfindungsgemäßen Zubereitungen in den Anwendungsflotten wird so gewählt, dass die behandelten Substrate zwischen 0,3 und 0,6 Gewichtsprozent der anspruchsgemäßen teilquaternierten, aminofunktionellen Organopolysiloxane, bezogen auf das Gewicht des Substrates enthalten.

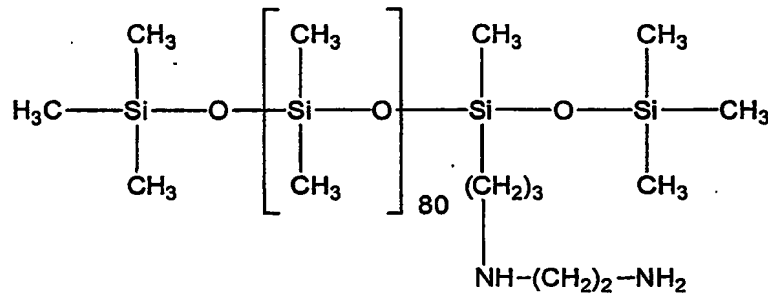
Eine bevorzugte Anwendung mit den erfindungsgemäßen Zubereitungen erfolgt als Zwangsanwendung durch Tränken des Substrates mit der Anwendungsflotte, anschließendes Abquetschen auf dem Foulard und einer abschließenden Trocknungspassage.

Die Erfindung wird mit den nachfolgenden Beispielen näher erläutert. Bei den Kettenlängenangaben, die in den Formeln dieser Beispiele für die anspruchsgemäßen Indizes n und m erscheinen, handelt es sich jeweils um Durchschnittswerte. Die in den Beispielen eingesetzten

Zubereitungen werden durch einfaches Verrühren der Einzelkomponenten bei 70°C hergestellt.

Beispiel 1 (nicht erfindungsgemäß)

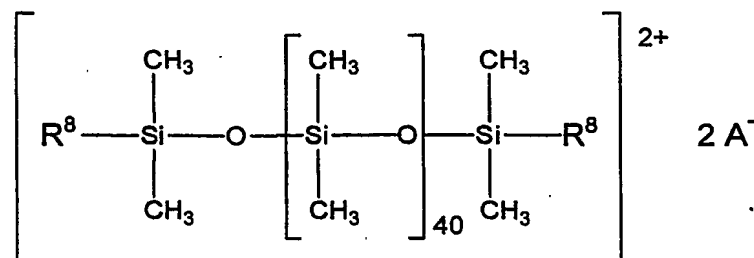
Die Zubereitung besteht aus einer wässrigen Mikroemulsion, enthaltend 20 Gewichtsprozent eines Organopolysiloxanes mit lateral positionierten Aminogruppen der Formel



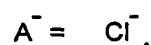
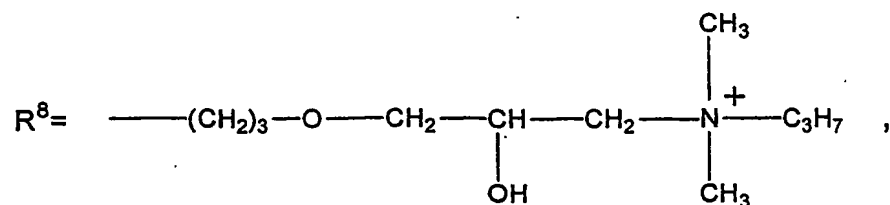
10 Gewichtsprozent eines Isodecylalkoholes mit 7 Ethylenoxydgruppen, 3 Gewichtsprozent Butyldiglykol und 0,4 Gewichtsprozent Essigsäure 60 %. Der Gesamtstickstoffgehalt beträgt 0,44 Gewichtsprozent.

Beispiel 2 (nicht erfindungsgemäß)

Die Zubereitung besteht aus einer wässrigen Mikroemulsion, enthaltend 20 Gewichtsprozent eines Organopolysiloxanes mit terminal positionierten und quaternierten Aminogruppen der Formel



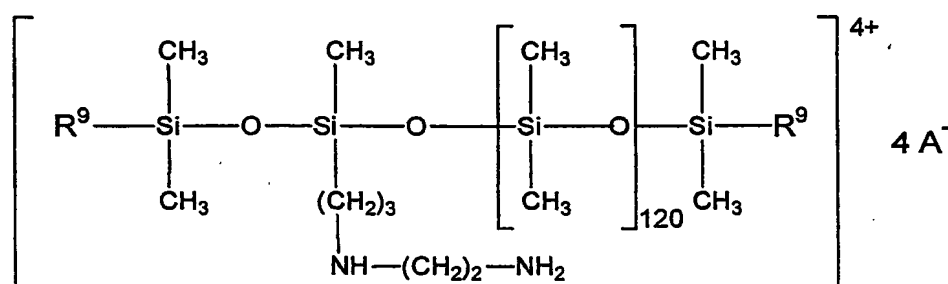
wobei



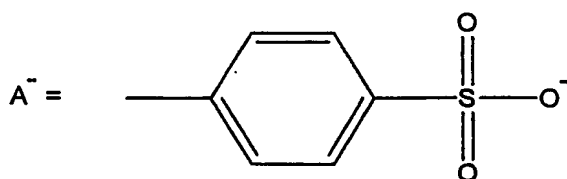
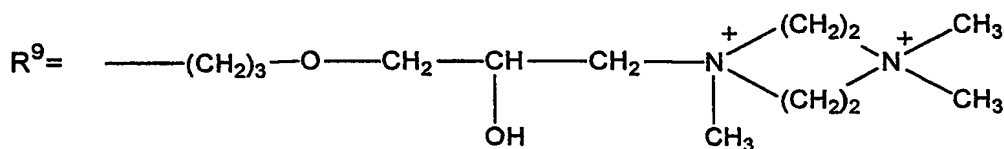
5 Gewichtsprozent eines Isotridecylalkoholes mit 6 Ethylenoxydgruppen, 5 Gewichtsprozent eines Isodecylalkoholes mit 7 Ethylenoxydgruppen und 7 Gewichtsprozent Butyldiglykol. Der Gesamtstickstoffgehalt beträgt 0,78 Gewichtsprozent.

Beispiel 3 (erfindungsgemäß):

Die Zubereitung besteht aus einer wässrigen Mikroemulsion, enthaltend 20 Gewichtsprozent eines Organopolysiloxanes mit lateral positionierten Aminogruppen sowie terminal positionierten und quaternierten Aminogruppen der Formel



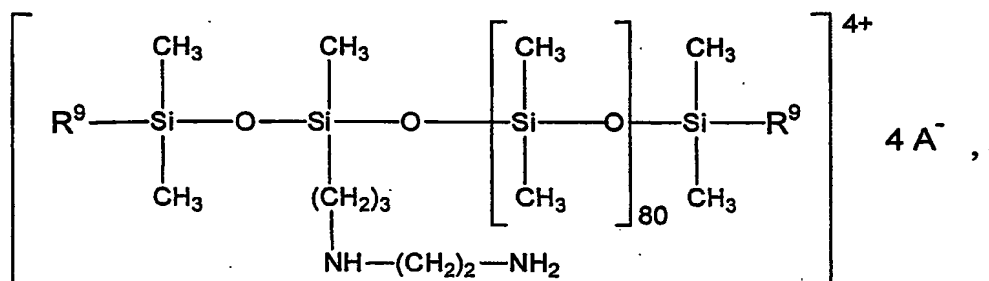
wobei



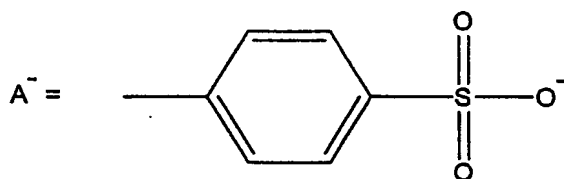
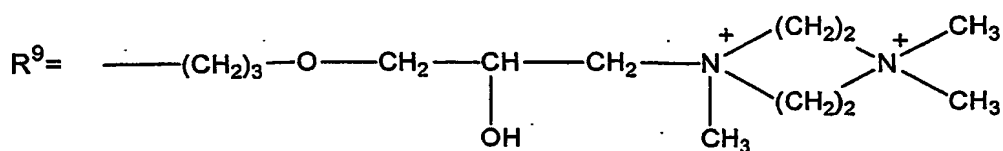
5 Gewichtsprozent eines Isotridecylalkoholes mit 6 Ethylenoxydgruppen, 5 Gewichtsprozent eines Isodecylalkoholes mit 7 Ethylenoxydgruppen und 7 Gewichtsprozent Butyldiglykol. Der Gesamtstickstoffgehalt beträgt 0,80 Gewichtsprozent.

Beispiel 4 (erfindungsgemäß):

Die Zubereitung besteht aus einer wässrigen Mikroemulsion, enthaltend 20 Gewichtsprozent eines Organopolysiloxanes mit lateral positionierten Aminogruppen sowie terminal positionierten und quaternierten Aminogruppen der Formel



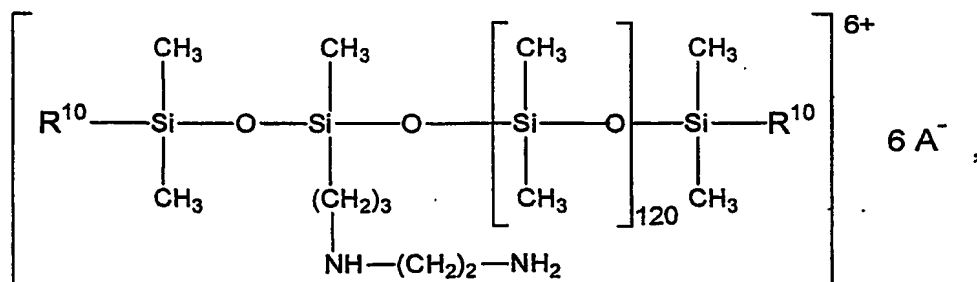
wobei



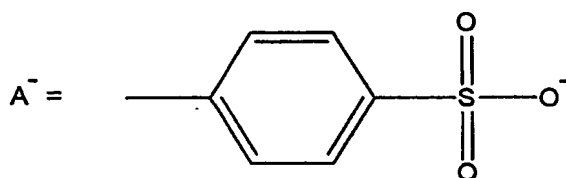
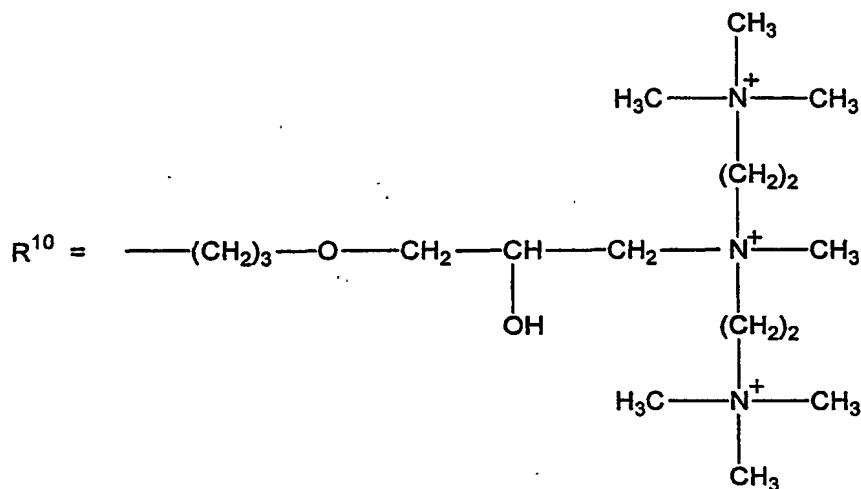
5 Gewichtsprozent eines Isotridecylalkoholes mit 6 Ethylenoxydgruppen, 5 Gewichtsprozent eines Isodecylalkoholes mit 7 Ethylenoxydgruppen und 7 Gewichtsprozent Butyldiglykol. Der Gesamtstickstoffgehalt beträgt 1,13 Gewichtsprozent.

Beispiel 5 (erfindungsgemäß):

Die Zubereitung besteht aus einer wässrigen Mikroemulsion, enthaltend 20 Gewichtsprozent eines Organopolysiloxanes mit lateral positionierten Aminogruppen sowie terminal positionierten und quaternierten Aminogruppen der Formel



wobei



5 Gewichtsprozent eines Isotridecylalkoholes mit 6 Ethylenoxydgruppen, 5 Gewichtsprozent eines Isodecylalkoholes mit 7 Ethylenoxydgruppen und 7 Gewichtsprozent Butyldiglykol. Der Gesamtstickstoffgehalt beträgt 1,03 Gewichtsprozent.

Anwendungsbeispiele

Griffbeurteilung

Abschnitte einer gebleichten, nicht optisch aufgehellten Baumwoll-Frotteeware wurden mit einer wässrigen Flotte, enthaltend 20 g/l der gemäß den Beispielen hergestellten Mikroemulsionen und 0,5 g/l Essigsäure 60 % auf einem Laborfoulard mit einer Nassaufnahme von 80 % imprägniert und anschließend 2 Minuten bei 120 °C getrocknet. Anschließend erfolgte die Beurteilung des Griffcharakters der mit den Mikroemulsionen behandelten Testgewebe. Diese unterliegt individuell unterschiedlichen, subjektiven Kriterien. Um trotzdem zu aussagekräftigen Ergebnissen zu kommen, ist eine Beurteilung durch mindestens 5 Testpersonen erforderlich. Die Auswertung der Ergebnisse erfolgte nach statistischen Methoden, wobei die Notenstufe 1 den weichsten, angenehmsten Griff, die Notenstufe 10 den härtesten, am wenigsten oberflächenglatten und unangenehmsten Griff innerhalb der Testreihe darstellt.

	Griffbewertungsnote innerhalb der Testreihe
Mikroemulsion nach Beispiel 1	1,5
Mikroemulsion nach Beispiel 2	7,2
Mikroemulsion nach Beispiel 3	2,1
Mikroemulsion nach Beispiel 4	2,6
Mikroemulsion nach Beispiel 5	3,4
Unbehandelt	10

Hydrophilie

Abschnitte einer gebleichten, nicht optisch aufgehellten Baumwoll-Frotteeware wurden mit einer wässrigen Flotte, enthaltend 20 g/l der gemäß den Beispielen hergestellten Mikroemulsionen und 0,5 g/l Essigsäure 60 % auf einem Laborfoulard mit einer Nassaufnahme von 80 % imprägniert und anschließend 2 Minuten bei 120 °C getrocknet. Anschließend erfolgte die Beurteilung der Hydrophilie gemäß des TEGEWA-Tropftestes (Melliand Textilberichte 68 (1987), 581 – 583).

	Einsinkzeit (sec)
Mikroemulsion nach Beispiel 1	Über 180
Mikroemulsion nach Beispiel 2	10
Mikroemulsion nach Beispiel 3	Unter 1
Mikroemulsion nach Beispiel 4	1
Mikroemulsion nach Beispiel 5	3
Unbehandelt	Unter 1

Vergilbung

Abschnitte einer gebleichten, nicht optisch aufgehellten Baumwoll-Modal-Maschenware wurden mit einer wässrigen Flotte, enthaltend 20 g/l der gemäß den Beispielen hergestellten Mikroemulsionen und 0,5 g/l Essigsäure 60 % auf einem Laborfoulard mit einer Nassaufnahme von 80 % imprägniert, 2 Minuten bei 120°C getrocknet und anschließend 2 Minuten bei 170 °C thermofixiert. Anschließend wurde der Weißgrad der Muster nach Ganz auf dem Weißgradmeßgerät "texflash 2000" der Firma "datacolor international" (Schweiz) gemessen.

	Weißgrad nach Ganz
Mikroemulsion nach Beispiel 1	141,5
Mikroemulsion nach Beispiel 2	151,0
Mikroemulsion nach Beispiel 3	150,1
Mikroemulsion nach Beispiel 4	147,8
Mikroemulsion nach Beispiel 5	150,5
unbehandelt	151,8

Alkalistabilität

Die Stabilität der Organopolysiloxanemulsionen gegen Alkalien in Ausrüstungsflotten wurde gemäß dem nachfolgend beschriebenen Test durchgeführt:

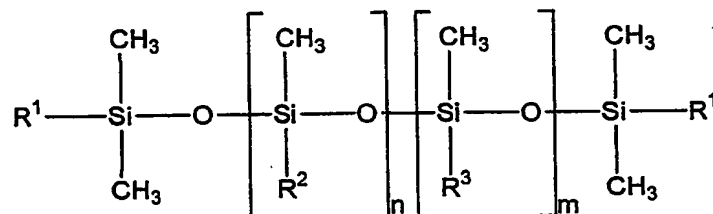
500 ml einer Lösung der zu untersuchenden Organopolysiloxanemulsion mit einer Konzentration von 40 g/l wurden in einem 1000 ml Becherglas vorgelegt und mit Natriumhydroxidlösung (NaOH) = 10 %) auf einen pH-Wert von 12 eingestellt. Anschließend wurde die Flotte zwanzig Minuten mit einem Flügelrührer bei zweitausend Umdrehungen pro Minute gerührt. Nach dem Ablauf dieser Zeit wurde der Rührer abgestellt, der entstandene Schaum zerfallen gelassen und die Flüssigkeitsoberfläche nach 1 Stunde hinsichtlich Abscheidungen beurteilt.

	Beurteilung nach 1 Stunde
Mikroemulsion nach Beispiel 1	Starke Silikonabscheidungen
Mikroemulsion nach Beispiel 2	Dünner Ölfilm auf der Oberfläche
Mikroemulsion nach Beispiel 3	keine Abscheidungen
Mikroemulsion nach Beispiel 4	keine Abscheidungen
Mikroemulsion nach Beispiel 5	keine Abscheidungen

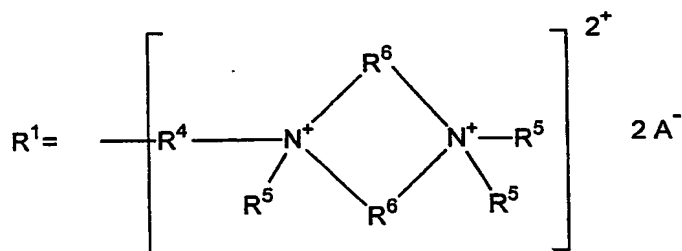
Patentansprüche

1. Zubereitungen, gekennzeichnet durch einen Gehalt, bezogen auf die Gesamtzusammensetzung, an

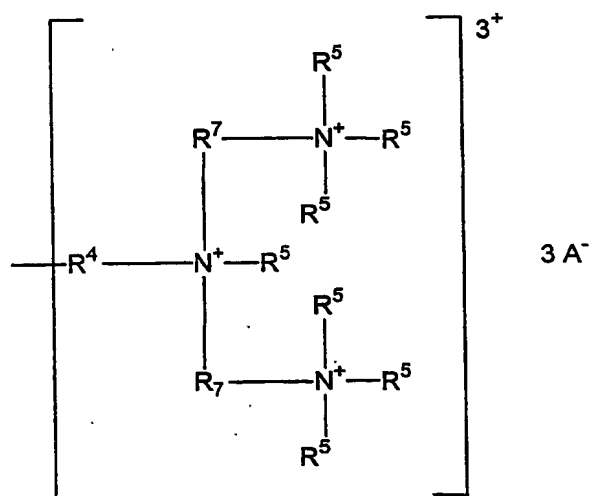
(1) 2 bis 60 Gewichtsprozent eines teilquaternierten aminofunktionellen Organopolysiloxans der allgemeinen Formel

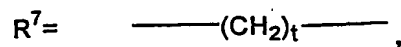
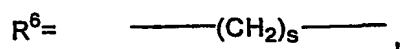
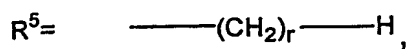
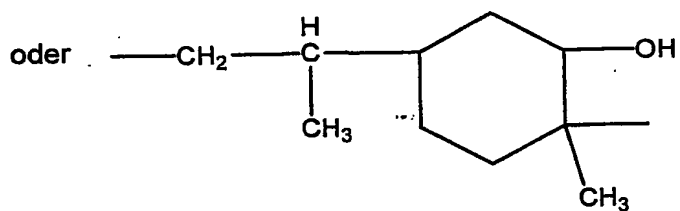
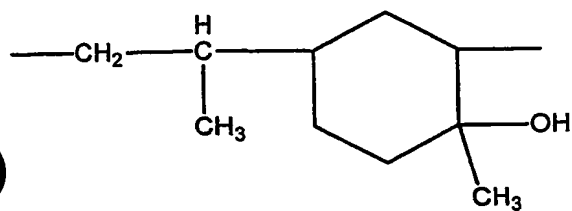
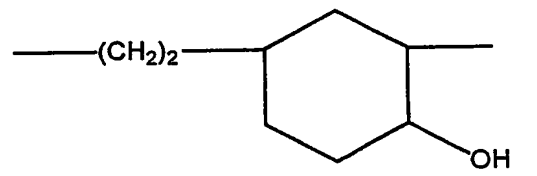
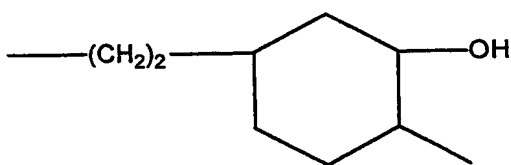
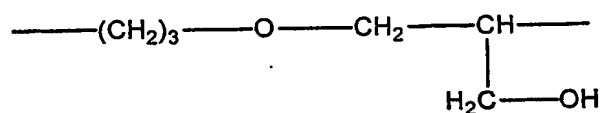
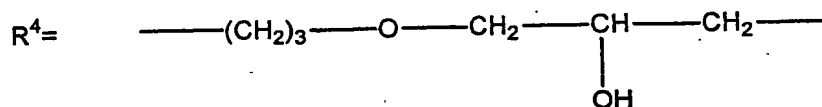
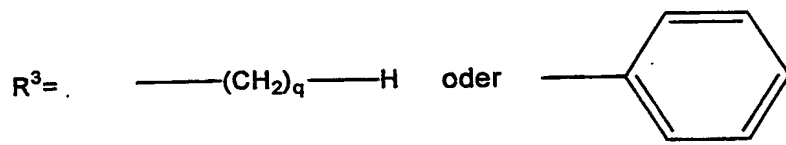
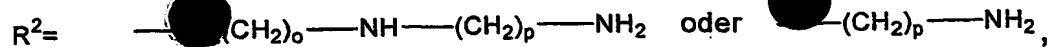


wobei



oder





A⁻ anorganische oder organische Anionen,

n eine ganze Zahl von 1 – 20,

m eine ganze Zahl von 20 – 2000,

o, p und q jeweils eine ganze Zahl von 1 – 10,

- r eine ganze Zahl von 1 – 18,
s eine ganze Zahl von 2 – 3 und
t eine ganze Zahl von 2 – 5

bedeuten, mit der Maßgabe, dass der Gesamtstickstoffgehalt der Komponente (1) 0,05 bis 2,0 Gewichtsprozent, bezogen auf die Gesamtzusammensetzung von Komponente (1) beträgt,

- (2) 2 bis 40 Gewichtsprozent eines Emulgators,
- (3) 0 bis 15 Gewichtsprozent eines Hydrotropikums und
- (4) 20 bis 95 Gewichtsprozent Wasser.

2. Verwendung der Zubereitungen gemäß Anspruch 1 bei der Veredelung textiler Substrate in wässrigen Bädern und Anwendungsflotten, gegebenenfalls zusammen mit weiteren Präparationsmitteln.

Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft Zubereitungen, enthaltend teilquaternierte, aminofunktionelle Organopolysiloxane und deren Verwendung in wässrigen Systemen auf textilen Substraten. Die Zubereitungen enthalten (1) 2 bis 60 Gewichtsprozent eines teilquaternierten aminofunktionellen Organopolysiloxans, (2) 2 bis 40 Gewichtsprozent eines Emulgators, (3) 0 bis 15 Gewichtsprozent eines Hydrotropikums und (4) 20 bis 95 Gewichtsprozent Wasser. mit der Maßgabe, dass der Gesamtstickstoffgehalt der Komponente (1) 0,05 bis 2,0 Gewichtsprozent, bezogen auf die Gesamtzusammensetzung von Komponente (1) beträgt.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.